

CORR. US 5,885,955

- For more records, click the Records link at page end.
- To change the format of selected records, select format and click Display Selected.
- To print/save clean copies of selected records from browser click Print/Save Selected.
- To have records sent as hardcopy or via email, click Send Results.

<input checked="" type="checkbox"/> Select All	<input type="checkbox"/> Clear Selections	<input type="checkbox"/> Print/Save Selected	<input type="checkbox"/> Send Results	<input type="checkbox"/> Display Selected	Format
					Free

1. ☐ 1/5/1 DIALOG(R)File 352:Derwent WPI (c) 2005 Thomson Derwent. All rts. reserv.

011083833 \*\*Image available\*\*

WPI Acc No: 1997-061757/199706

Related WPI Acc No: 1997-048286; 1997-095446; 1997-095447

XRAM Acc No: C97-020049

New amide cpds. e.g. disodium

4,7-diocanoyl-4,7-diaza-decane-1, 10-disulphonate - useful as base for cosmetics for hair and skin, detergent, emulsifier and conditioner

Patent Assignee: KAO CORP (KAOS )

Inventor: KITA K; KITSUKI T; MIYAJIMA T; UNO M

Number of Countries: 002 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 8311003	A	19961126	JP 95118219	A	19950517	199706 B
US 5885955	A	19990323	US 96646767	A	19960508	199919
			US 97967918	A	19971112	

Priority Applications (No Type Date): JP 95118219 A 19950517; JP 95110335 A 19950509; JP 95137735 A 19950605; JP 95137736 A 19950605

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
JP 8311003	A	7	C07C-233/46	
US 5885955	A		C11D-001/04	Div ex application US 96646767 Div ex patent US 5756784

Abstract (Basic): JP 8311003 A

Amide cpds. of formula (I) and their salts are new. R = 1-24C alkyl or alkenyl both opt. substd. by hydroxyl; A = 1-6C alkylene opt. substd. by hydroxyl or carboxyl; B = 2-6C alkylene opt. substd. by hydroxyl; Y = carboxyl, sulphonic acid or sulphate gp.

USE - (I) are useful as a base of cosmetics for hair and skin, a detergent, an emulsifier, and a conditioner.

ADVANTAGE - (I) have low irritation to skin and hair and gives favourable feeling, and has excellent foaming ability and emulsifying stability.

Dwg. 0/0

Title Terms: NEW; AMIDE; COMPOUND; DI; SODIUM; DI; OCTANOYL; DI; AZA; DECANE; DI; SULPHONATE; USEFUL; BASE; COSMETIC; HAIR; SKIN; DETERGENT; EMULSION; CONDITION

Derwent Class: D21; D25; E16

International Patent Class (Main): C07C-233/46; C11D-001/04

International Patent Class (Additional): A61K-007/00; A61K-007/06;

B01J-023/02; B01J-031/02; C07C-231/02; C07C-303/22; C07C-303/24;

C07C-305/04; C07C-309/15; C11D-001/28; C11D-001/52; C11D-001/62;

C11D-001/66

File Segment: CPI

Derwent WPI (Dialog® File 352): (c) 2005 Thomson Derwent. All rights reserved.

<input checked="" type="checkbox"/> Select All	<input type="checkbox"/> Clear Selections	<input type="checkbox"/> Print/Save Selected	<input type="checkbox"/> Send Results	<input type="checkbox"/> Display Selected	Format
					Free

© 2005 Dialog, a Thomson business

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平8-311003

(43) 公開日 平成8年(1996)11月26日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C 233/46		9547-4H	C 0 7 C 233/46	
A 6 1 K 7/00			A 6 1 K 7/00	C
	7/06			7/06
B 0 1 J 23/02			B 0 1 J 23/02	X
	31/02	1 0 2		31/02 1 0 2 X
審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 7 頁) 最終頁に続く				

(21) 出願番号 特願平7-118219

(22) 出願日 平成7年(1995)5月17日

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 宇野 満

和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会社  
社研究室内

(72) 発明者 木附 智人

和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会  
社研究室内

(72) 発明者 喜多 克己

和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会  
社研究室内

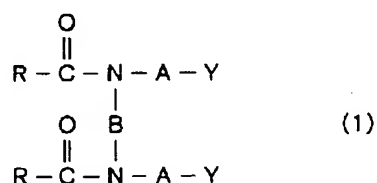
(74) 代理人 弁理士 有賀 三幸 (外3名)

(54) 【発明の名称】 新規アミド化合物及びその製造方法

(57) 【要約】

【構成】 次の一般式(I)

【化1】



〔RはOHが置換していてもよいC1～24のアルキル基又はアルケニル基を示し、AはOH又はカルボキシル基が置換していてもよいC1～6のアルキレン基を示し、BはOHが置換していてもよいC2～6のアルキレン基を示し、Yはカルボキシル基、スルホン酸基もしくは硫酸エステル基又はそれらの塩を示す。〕で表されるアミド化合物及びその製造方法。

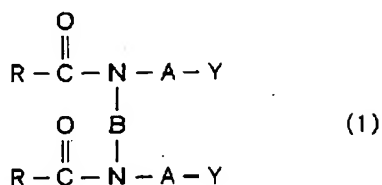
【効果】 皮膚や毛髪に対して低刺激で好ましい感触を与え、かつ優れた起泡力及び乳化安定性を有し、各種洗浄剤、化粧料等の成分や、乳化剤、コンディショニング剤等として有用である。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 次の一般式(1)

【化1】

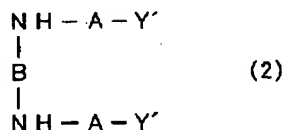


〔式中、2個のRは同一又は異なって、それぞれヒドロキシル基が置換していてもよい直鎖もしくは分岐鎖の炭素数1～24のアルキル基又はアルケニル基を示し、Aはヒドロキシル基又はカルボキシル基が置換していてもよい直鎖又は分岐鎖の炭素数1～6のアルキレン基を示し、Bはヒドロキシル基が置換していてもよい直鎖又は分岐鎖の炭素数2～6のアルキレン基を示し、Yはカルボキシル基、スルホン酸基もしくは硫酸エステル基又はそれらの塩を示す。〕で表されるアミド化合物。

【請求項2】 一般式(1)において、2個のRがそれぞれ直鎖又は分岐鎖の炭素数6～18のアルキル基であり、かつAがヒドロキシル基が置換していてもよい炭素数1～3のアルキレン基である請求項1記載のアミド化合物又はその塩。

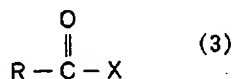
【請求項3】 次の一般式(2)

【化2】



〔式中、Aはヒドロキシル基又はカルボキシル基が置換していてもよい直鎖又は分岐鎖の炭素数1～6のアルキレン基を示し、Bはヒドロキシル基が置換していてもよい直鎖又は分岐鎖の炭素数2～6のアルキレン基を示し、Y'はカルボキシル基、スルホン酸基、硫酸エステル基、アルコキシカルボニル基、ニトリル基又はヒドロキシル基を示す。〕で表されるアミノ化合物と、次の一般式(3)

【化3】



〔式中、Rはヒドロキシル基が置換していてもよい直鎖もしくは分岐鎖の炭素数1～24のアルキル基又はアルケニル基を示し、Xはハロゲン原子、ヒドロキシル基、又は直鎖もしくは分岐鎖の炭素数1～3のアルコキシ基を示す。〕で表される1種又は2種のアシル化合物とを反応させ、更にY'がアルコキシカルボキシル基又はニトリル基の場合には塩基性触媒の存在下に加水分解し、Y'がヒドロキシル基の場合には硫酸エステル化剤を反

2

応させることを特徴とする請求項1又は2記載のアミド化合物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、皮膚等に対する刺激が少なく、起泡性に優れ、かつ皮膚等に好ましい感触を与えることができ、毛髪及び皮膚化粧料の基剤、洗浄剤、乳化剤、コンディショニング剤などとして有用なアミド化合物及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来、洗浄剤や乳化剤としてアルキル硫酸塩、ポリオキシエチレンアルキル硫酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩などの界面活性剤が使用されている。しかし、これらの多くは使用時における皮膚に対する刺激がやや強いという問題がある。このため、アルキルリン酸塩、アシル化アミノ酸塩などの皮膚刺激の弱い界面活性剤が、毛髪及び皮膚化粧料の基剤、乳化剤として又は皮膚等の洗浄剤として使用されるようになっている。

【0003】しかしながら、最近では、消費者の要求の多様化や高級品指向に伴い、皮膚などに対する刺激が少ないことに加え、起泡性が良いこと、皮膚などに好ましい感触を付与できることなどの性能を有するものが求められており、上記の界面活性剤ではこれらの要求を十分満足できるものではなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、上記問題点を解決し、皮膚等に対する刺激が少なく、起泡性に優れ、更に皮膚等に好ましい感触を与えることができ、毛髪及び皮膚化粧料の基剤、洗浄剤、乳化剤、コンディショニング剤などとして有用な化合物を提供することにある。

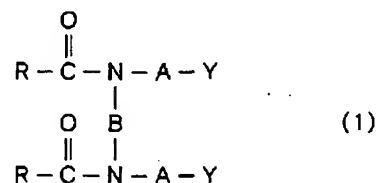
【0005】

【課題を解決するための手段】かかる実情において、本発明者らは鋭意研究を行った結果、後記一般式(1)で表される新規アミド化合物が、皮膚等に対して低刺激で好ましい感触を与え、かつ優れた起泡性及び乳化安定性を有することを見出し、本発明を完成した。

【0006】すなわち本発明は、次の一般式(1)

【0007】

【化4】



【0008】〔式中、2個のRは同一又は異なって、それぞれヒドロキシル基が置換していてもよい直鎖もしくは分岐鎖の炭素数1～24のアルキル基又はアルケニル基

を示し、Aはヒドロキシル基又はカルボキシル基が置換していてもよい直鎖又は分岐鎖の炭素数1~6のアルキレン基を示し、Bはヒドロキシル基が置換していてもよい直鎖又は分岐鎖の炭素数2~6のアルキレン基を示し、Yはカルボキシル基、スルホン酸基もしくは硫酸エステル基又はそれらの塩を示す。)で表されるアミド化合物及びその製造方法に係るものである。

【0009】一般式(1)中、Rで示されるヒドロキシル基が置換していてもよい直鎖もしくは分岐鎖の炭素数1~24のアルキル基又はアルケニル基の具体例としては、

以下のものを挙げることができる。  
 【0010】直鎖アルキル基としては、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ペンタデシル、ヘキサデシル、ヘプタデシル、オクタデシル、ノナデシル、イコシル、ヘンイコシル、ドコシル、トリコシル及びテトラコシルを挙げることができ、分岐鎖アルキル基としては、例えばメチルヘキシル、エチルヘキシル、メチルヘブチル、エチルヘブチル、メチルノニル、メチルウンデシル、メチルヘプタデシル、ヘキシルデシル、オクチルデシルなどの基を挙げることができる。

【0011】直鎖アルケニル基としては、例えばエチニル、プロベニル、ブテニル、ペンテニル、ヘキセニル、ヘプテニル、オクテニル、ノネニル、デセニル、ウンデセニル、ドデセニル、トリデセニル、テトラデセニル、ペンタデセニル、ヘキサデセニル、ヘプタデセニル、オクタデセニル、ノナデセニル、イコセニル、ヘンイコセニル、ドコセニル、トリコセニル、テトラコセニルなどの基を挙げることができ、分岐鎖アルケニル基としては、例えばメチルヘキセニル、エチルヘキセニル、メチルヘブテニル、エチルヘブテニル、メチルノネニル、メチルウンデセニル、メチルヘプタデセニル、ヘキシルデセニル、オクチルデセニルなどの基を挙げることができる。

【0012】ヒドロキシル基で置換された直鎖又は分岐鎖のアルキル基としては、ヒドロキシル基の置換位置は特に限定されず、例えばヒドロキシメチル、ヒドロキシエチル、ヒドロキシプロピル、ヒドロキシブチル、ヒドロキシペンチル、ヒドロキシヘキシル、ヒドロキシヘブチル、ヒドロキシオクチル、ヒドロキシノニル、ヒドロキシデシル、ヒドロキシウンデシル、ヒドロキシドデシル、ヒドロキシトリデシル、ヒドロキシテトラデシル、ヒドロキシペンタデシル、ヒドロキシヘキサデシル、ヒドロキシヘプタデシル、ヒドロキシオクタデシル、ヒドロキシノナデシル、ヒドロキシイコシル、ヒドロキシヘンイコシル、ヒドロキシドコシル、ヒドロキシトリコシル、ヒドロキシテトラコシル、ヒドロキシメチルヘキシル、ヒドロキシエチルヘキシル、ヒドロキシメチルヘブチル、ヒドロキシエチルヘブチル、ヒドロキシメチルノ

ニル、ヒドロキシメチルウンデシル、ヒドロキシメチルヘプタデシル、ヒドロキシヘキシルデシル、ヒドロキシオクチルデシルなどの基を挙げることができる。

【0013】ヒドロキシル基で置換された直鎖又は分岐鎖のアルケニル基としては、ヒドロキシル基の置換位置は特に限定されず、例えばヒドロキシエチニル、ヒドロキシプロベニル、ヒドロキシブテニル、ヒドロキシペンテニル、ヒドロキシヘキセニル、ヒドロキシヘブテニル、ヒドロキシオクテニル、ヒドロキシノネニル、ヒドロキシデセニル、ヒドロキシウンデセニル、ヒドロキシドデセニル、ヒドロキシトリデセニル、ヒドロキシテトラデセニル、ヒドロキシペンタデセニル、ヒドロキシヘキサデセニル、ヒドロキシヘプタデセニル、ヒドロキシオクタデセニル、ヒドロキシノナデセニル、ヒドロキシイコセニル、ヒドロキシヘンイコセニル、ヒドロキシドコセニル、ヒドロキシトリコセニル、ヒドロキシテトラコセニル、ヒドロキシメチルヘキセニル、ヒドロキシエチルヘキセニル、ヒドロキシメチルヘブテニル、ヒドロキシエチルヘブテニル、ヒドロキシメチルノネニル、ヒドロキシメチルウンデセニル、ヒドロキシメチルヘプタデセニル、ヒドロキシヘキシルデセニル、ヒドロキシオクチルデセニルなどの基を挙げることができる。

【0014】これらのうち、Rとしては、起泡力、洗浄力等の性能面より、ヒドロキシル基が置換していてもよい直鎖もしくは分岐鎖の炭素数1~18のアルキル基又はアルケニル基、更に直鎖又は分岐鎖の炭素数6~18のアルキル基、特に炭素数8~12の直鎖アルキル基が好ましい。1分子中の2個のRは同一であっても異なってもよいが、同一であるのが好ましい。

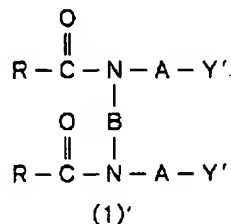
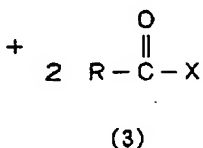
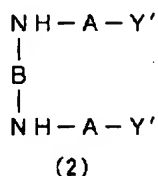
【0015】また、Aで示されるヒドロキシル基又はカルボキシル基が置換していてもよい直鎖又は分岐鎖の炭素数1~6のアルキレン基としては、メチレン、エチレン、トリメチレン、プロピレン、テトラメチレン、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、2-ヒドロキシトリメチレン、1-カルボキシエチレン、2-カルボキシエチレン等が挙げられる。これらのうち、ヒドロキシル基又はカルボキシル基が置換していてもよい炭素数1~3のアルキレン基、更にヒドロキシル基が置換していてもよい炭素数1~3のアルキレン基、特に無置換の炭素数1~3のアルキレン基が好ましい。

【0016】Bで示されるヒドロキシル基が置換していてもよい直鎖もしくは分岐鎖の炭素数2~6のアルキレン基としては、エチレン、トリメチレン、プロピレン、テトラメチレン、ペンタメチレン、ヘキサメチレン、2-ヒドロキシトリメチレン等が挙げられる。これらのうち、無置換の炭素数2~6のアルキレン基、特にエチレンが好ましい。

【0017】本発明化合物(1)は、カルボキシル基(-COOH)、スルホン酸基(-SO<sub>3</sub>H)、又は硫酸エステル基(-OSO<sub>3</sub>H)を有するので、種々の塩基性物質と

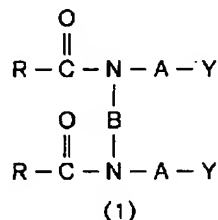
5

の間に塩を形成し得る。かかる塩としては、例えばアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アミン塩、塩基性アミノ酸塩、アンモニウム塩等が挙げられ、具体的には、ナトリウム、カリウム、リチウム、マグネシウム、カルシウム、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリブチルアミン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、リジン、アルギニン、コリ



(a) Y' = アルコキシカルボニル基 or ニトリル基の場合：  
更に加水分解

(b) Y' = ヒドロキシル基の場合：  
更に硫酸エステル化



【0020】〔式中、R、A、B及びYは前記と同じ意味を示し、Xはハロゲン原子、ヒドロキシル基、又は直鎖もしくは分岐鎖の炭素数1～3のアルコキシル基を示し、Y'はカルボキシル基、スルホン酸基、硫酸エステル基、アルコキシカルボニル基、ニトリル基又はヒドロキシル基を示す。〕

【0021】すなわち、Y' = Yである場合は、アミノ化合物(2)とアシル化合物(3)を反応させることにより本発明アミド化合物(1)が得られ、Y'がアルコキシカルボニル基、ニトリル基又はヒドロキシル基である場合には、アミノ化合物(2)とアシル化合物(3)の反応後、更にY'をYに変換することにより、本発明アミド化合物(1)が得られる。

【0022】アミノ化合物(2)は、例えばジアミンと、ハロゲン化物、オレフィン化合物、エポキシ化合物、スルトン等とを反応させるなど公知の方法に従って製造することができる。

【0023】ここで、ジアミンの具体例としては、エチレンジアミン、トリメチレンジアミン、プロピレンジアミン、ヘキサメチレンジアミン、2-ヒドロキシトリメチレンジアミン等が、ハロゲン化物の具体例としては、クロロ酢酸ナトリウム、プロモ酢酸ナトリウム、クロロプロピオン酸ナトリウム、プロモプロピオン酸ナトリウム、3-クロロ-2-ヒドロキシプロパンスルホン酸ナトリウム、2-クロロエタノール、3-クロロプロパノール等が、オレフィン化合物の具体例としては、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸プロピル、アクリロニトリル、マレイン酸メチル、マレイン酸エチル、マ

6

ン、アンモニア等との塩が挙げられ、これらのなかでもナトリウム塩、カリウム塩及びアンモニウム塩が好ましい。

【0018】本発明アミド化合物(1)は、例えば次の反応に従って製造することができる。

【0019】

【化5】

レイン酸プロピル、フマル酸メチル、フマル酸エチル、フマル酸プロピル等が、スルトンの具体例としては、プロパンスルトン、ブタンスルトン等が挙げられる。

【0024】また、一般式(3)において、Xで示されるハロゲン原子としては、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子等が挙げられるが、なかでも塩素原子が好ましい。またXで示されるアルコキシル基としては、メチル基、エチル基、プロピル基等が挙げられる。

【0025】アミノ化合物(2)が水のみには溶解する場合、当該アミノ化合物(2)とXがハロゲン原子であるアシル化合物(3)（アシルハライド）との反応は、例えば水性不活性溶媒中、0～50℃、好ましくは10～30℃で、アミノ化合物(2)に対し2～5倍モルのアシルハライドを反応させることにより行われる。水性不活性溶媒としては、例えば水、水/アセトン、水/メチルエチルケトン等が挙げられるが、なかでも水とアセトンとの混合溶媒が好ましい。

【0026】アミノ化合物(2)が水以外の有機溶媒に可溶である場合、当該アミノ化合物(2)とアシルハライドとの反応は、無溶媒下又は不活性溶媒中、0～50℃、好ましくは0～30℃でアミノ化合物(2)に対し2～5倍モルのアシルハライドを反応させることにより行われる。また、当該アミノ化合物(2)とXがヒドロキシル基又はアルコキシル基であるアシル化合物(3)（カルボン酸又はカルボン酸エステル）との反応は、無溶媒下又は不活性溶媒中、50～200℃、好ましくは80～160℃で行われる。不活性溶媒としては、トルエン、キシレン等が挙げられる。ここで、アシル化合物(3)がカルボン酸エステ

7

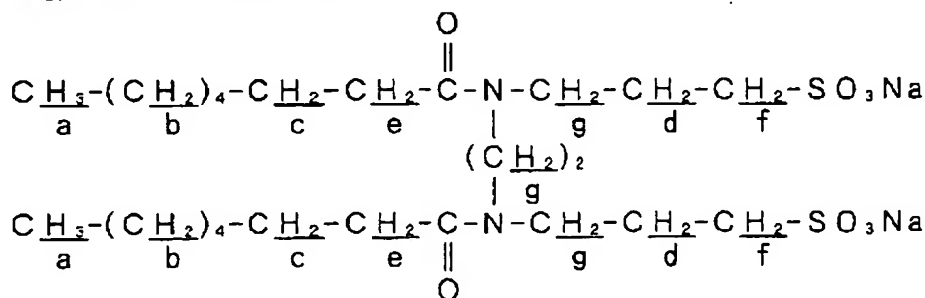
ルである場合、系中にアルコキシド等の塩基性触媒を存在させることにより、より低温で反応させることができる。

【0027】 $Y' = Y$ であるアミノ化合物(2)を用いた場合は上記反応により直接本発明化合物(1)が得られるが、 $Y'$ がアルコキシカルボニル基又はニトリル基であるアミノ化合物(2)を用いた場合には、上記反応後、更に塩基性触媒の存在下で加水分解することにより $Y'$ をカルボキシル基に変換し、また $Y'$ がヒドロキシル基であるアミノ化合物(2)を用いた場合には、上記反応後、更にクロロスルホン酸、 $SO_3$ ガス等の硫酸エステル化剤と反応させることにより $Y'$ を硫酸エステル基に変換すれば、本発明化合物(1)が得られる。

【0028】かくして得られた本発明化合物(1)は、必要に応じ、塩基性物質で中和することにより塩に変換することができる。かかる塩基性物質としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、水酸化マグネシウム、水酸化カルシウム、アンモニア、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリブチルアミン、アルカノールアミン(モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン等)、リジン、アルギニン、コリン等が挙げられ、なかでも水酸化ナトリウム、水酸化カリウム等のアルカリ金属水酸化物が好ましい。

【0029】以上の反応終了後、反応混合物中には目的とする本発明アミド化合物(1)のほか、無機塩、未反応のアミノ化合物(2)、エステル誘導体、脂肪酸等の化合物が含まれることがある。本発明においては、反応生成物をそのまま使用することも可能であるが、必要に応じて溶媒分別法、イオン交換クロマトグラフィー法、再結晶法、電気透析法など、公知の方法により精製して用いることもできる。

【0030】本発明のアミド化合物(1)は、皮膚等に対して低刺激で好ましい感触を与え、かつ優れた洗浄力、起泡力を有することから、皮膚、毛髪、食器、衣料用などの各種洗浄剤、衣料用洗浄剤等の各種洗浄剤に、また安定な乳化能を有することから、皮膚、毛髪用化粧料の乳化剤、コンディショニング剤等として使用することができる。その場合の本発明化合物(1)の配合量は特に制限されず、その用途等に応じて0.1~80重量%、好ましくは1~50重量%の範囲で用いることができる。



【0036】実施例2

8

【0031】本発明化合物(1)をこれらの用途に使用する場合、必要に応じて公知の各種界面活性剤、保湿剤、殺菌剤、乳化剤、増粘剤、パール化剤、二価金属イオン捕捉剤、アルカリ剤、無機塩、再汚染防止剤、酵素、有効塩素の捕捉剤、還元剤、漂白剤、蛍光染料、可溶化剤、香料、ケーキング防止剤、酵素の活性化剤、酸化防止剤、防腐剤、色素、青味付け剤、漂白活性化剤、酵素安定化剤、相調節剤、浸透剤等を配合することができる。

10 【0032】

【実施例】次に実施例を挙げて本発明を更に詳細に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

【0033】実施例1

4つロフラスコにエチレンジアミン3g(0.05モル)及び水50gを入れた後、プロパンスルホン12.3g(0.1モル)を30分かけて滴下した。2時間攪拌した後、エタノールを加えて濾過し、エタノール洗浄することによって、 $N,N'$ -ビス(3-スルホプロピル)エチレンジアミンを13.5g得た(単離収率:88%)。次に、 $N,N'$ -ビス(3-スルホプロピル)エチレンジアミン5g(0.016モル)、水30g及びアセトン13gを4つロフラスコに入れ、4N水酸化ナトリウム水溶液でpHを8.5に調整した。10℃に冷却した後、カプリル酸クロリド5.3g(0.033モル)を滴下した。途中、pHが下がってくるため適時4N水酸化ナトリウム水溶液を加えてpHを9~10に保った。滴下終了後、1時間攪拌し、エタノールで共沸させながらエバポレーターで水を留去した。その後水を250g加えて濾過し、不溶部を除いた。電気透析で脱塩した後、凍結乾燥して4,7-ジオクタノイル-4,7-ジアザデカン-1,10-ジスルホン酸ジナトリウム塩3.0gを得た(単離収率:31%)。

【0034】質量分析(FABイオン化法)  $m/z$ : 601( $M^+$ )

$H^+$ ,  $m = C_{24}H_{46}S_2O_8N_2Na_2$

$^1H$ -NMR( $CDCl_3$ ,  $\delta$  ppm): 0.83(t, 6H, a), 1.27(broad, 16H, b), 1.58(m, 4H, c), 2.00(m, 4H, d), 2.34(t, 4H, e), 2.89(t, 4H, f), 3.40-3.62(m, 8H, g)

【0035】

【化6】

40

50 4つロフラスコにエチレンジアミン3g(0.05モル)及

9

び水50gを入れた後、クロロ酢酸ナトリウム11.7g (0.1mol) 水溶液を30分かけて滴下した。60℃で2時間攪拌した後、エタノール洗浄することによって、N,N'-ビス(カルボキシメチル)エチレンジアミンを8.8g得た(単離収率:88%)。次に、N,N'-ビス(カルボキシメチル)エチレンジアミン5g (0.028mol)、水30g及びアセトン13gを4つロフラスコに入れ、4N水酸化ナトリウム水溶液でpHを8.5に調整した。10℃に冷却した後、カプリル酸クロリド9.3g (0.057mol) を滴下した。途中、pHが下がってくるため適時4N水酸化ナトリウム水溶液を加えてpHを9~10に保った。滴下終了後、1時間攪拌し、エタノールで共沸させながらエバポレー

10

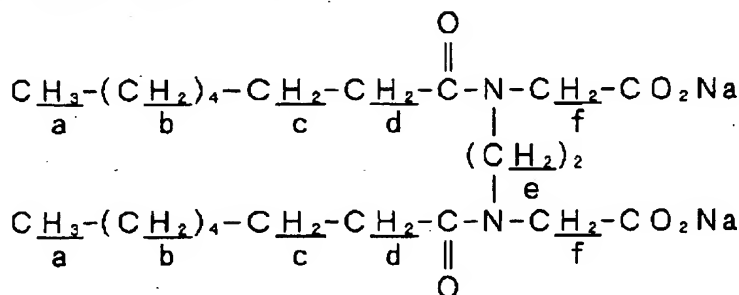
ターで水を留去した。その後水を250g加えて濾過し、不溶部を除いた。電気透析で脱塩した後、凍結乾燥して3,6-ジオクタノイル-3,6-ジアザオクタン二酸ジナトリウム塩4.6gを得た(単離収率:35%)。

【0037】質量分析(FABイオン化法) m/z: 473 (M+H<sup>+</sup>), m=C<sub>22</sub>H<sub>38</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, δ ppm): 0.85 (t, 6H, a), 1.29 (broad, 16H, b), 1.61 (m, 4H, c), 2.34 (t, 4H, d), 3.40-3.62 (m, 4H, e), 4.11 (s, 4H, f)

【0038】

【化7】



## 【0039】実施例3

4つロフラスコにN,N'-ビス(2-ヒドロキシエチル)エチレンジアミン5g (0.034mol)、水30g及びアセトン13gを4つロフラスコに入れ、4N水酸化ナトリウム水溶液でpHを8.5に調整した。10℃に冷却した後、カプリル酸クロリド11.6g (0.071mol) を滴下した。途中、pHが下がってくるため適時4N水酸化ナトリウム水溶液を加えてpHを9~10に保った。滴下終了後、1時間攪拌し、室温で3時間攪拌した。溶媒を留去した後、ジクロロメタンに溶解し、氷冷下でクロロスルホン酸を滴下した。1時間攪拌した後、室温にて3時間攪拌した。

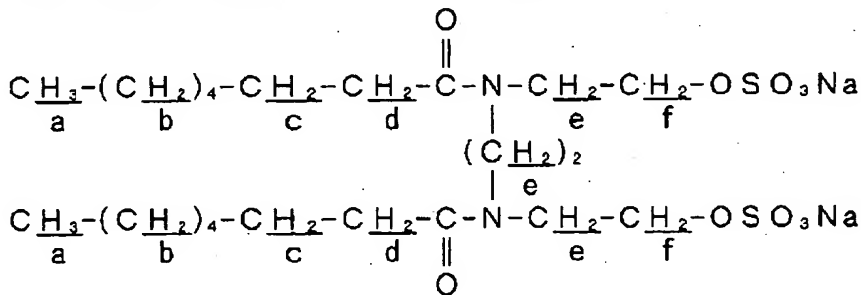
その後水を250g加え、pHを7に調整し、濾過して不溶部を除いた。電気透析で脱塩した後、凍結乾燥してジソディウム 3,6-ジオクタノイル-3,6-ジアザオクタン-1,8-ジスルファート 6.0gを得た(単離収率:29%)。

【0040】質量分析(FABイオン化法) m/z: 605 (M+H<sup>+</sup>), m=C<sub>22</sub>H<sub>42</sub>S<sub>2</sub>O<sub>10</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>

<sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, δ ppm): 0.88 (t, 6H, a), 1.29 (broad, 16H, b), 1.66 (m, 4H, c), 2.30 (t, 4H, d), 3.41-3.66 (m, 8H, e), 4.44 (broad, 4H, f)

【0041】

【化8】



## 【0042】処方例1

本発明の化合物を用い、以下に示す組成のシャンプーを

製造した。

【表1】

(組成)	(重量%)
実施例1の化合物	15.0
ラウロイルジエタノールアミド	3.0
ラウリルジメチルアミノオキシド	0.5
ヒドロキシエチルセルロース (ダイセル社製)	0.1
安息香酸ナトリウム	0.3
色素	適量

11

12

香料	適量
クエン酸	適量
水	バランス
計	100.0

## 【0043】処方例2

処方例1において、実施例1の化合物に代え実施例2又は3の化合物を用いる以外は同様にして、シャンプーを製造した。

【0044】処方例1及び2のシャンプーは、いずれも起泡性、洗浄性に優れており、洗髪時、すすぎ時の感触 10

も良好であった。

## 【0045】処方例3

本発明の化合物を用い、以下に示す組成のボディシャンプーを製造した。

## 【表2】

(組成)	(重量%)
実施例1の化合物	17.0
ポリオキシエチレン (E03) ラウリルグルコシド	5.0
ラウリルジメチルアミノオキシド	3.0
グリセリン	4.0
ショ糖脂肪酸エステル	1.0
メチルバラベン	0.3
色素	適量
香料	適量
クエン酸	適量
水	バランス
計	100.0

## 【0046】処方例4

処方例3において、実施例1の化合物に代え実施例2又は3の化合物を用いる以外は同様にして、シャンプーを製造した。

【0047】処方例3及び4のボディシャンプーは、いずれも起泡性、洗浄性に優れており、洗い上がり後の感触もしっとりとして良好であった。

## 【0048】

【発明の効果】本発明の新規アミド化合物(1)は、皮膚や毛髪に対して低刺激で好ましい感触を与え、かつ優れた起泡力及び乳化安定性を有し、各種洗浄剤、化粧品等の成分や、乳化剤、コンディショニング剤等として有用である。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 7 C 231/02			C 0 7 C 231/02	
303/22			303/22	
303/24			303/24	
305/04		7419-4H	305/04	
309/15		7419-4H	309/15	
C 1 1 D 1/52			C 1 1 D 1/52	